

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-131494

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)6月3日

H 05 B 33/04

6744-3K

審査請求 未請求 発明の数 2 (全6頁)

⑮ 発明の名称 薄膜EL素子およびその製造方法

⑯ 特 願 昭61-275150

⑰ 出 願 昭61(1986)11月20日

⑱ 発 明 者 清 水 安 元 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内
⑲ 出 願 人 ホーヤ株式会社 東京都新宿区中落合2丁目7番5号
⑳ 代 理 人 弁理士 山川 政樹 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

薄膜EL素子およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

- (1) 透明基板と、この透明基板上に形成された透明電極、誘電体層、EL発光層および背面電極を含むEL薄膜層と、このEL薄膜層を覆つて透明基板上に固着されたキャップとを有する薄膜EL素子において、キャップは、接着剤注入口を備えるとともに内面に吸湿性材料を固定し、かつ上記接着剤注入口は熱硬化樹脂接着剤により封じてなることを特徴とする薄膜EL素子。
- (2) キャップ内面に吸湿性材料を分散させた接着剤を塗布し硬化させて吸湿性材料を固定する工程と、このキャップを、透明電極、誘電体層、EL発光層および背面電極からなるEL薄膜層を設けた透明基板上に固着する工程と、これらキャップおよび透明基板を加熱した状態で、キャップに設けた接着剤注入口に熱硬化樹脂接着剤を注入し硬化させて封止する工程とを含むことを特徴とする薄

膜EL素子の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、平面形ディスプレイ・デバイスとして、コンピュータシステムの端末機器その他の表示装置に、静止画像や動画像の表示手段として利用される薄膜EL素子およびその製造方法、特に封じ方法に関する。

〔従来の技術〕

従来この種の薄膜EL(エレクトロルミネセンス)素子は、例えば透明なガラス基板上に、 In_2O_3 、 SnO_2 等からなる透明電極を配列し、次に Y_2O_3 、 Tb_2O_3 等からなる第1の誘電体層、発光中心として0.1~2wt%の Mn をドープした ZnS 等からなるEL発光層および第2の誘電体層を順次積層した後、 Al 、 Ta 、 Mo 等からなる背面電極を配列することによつて形成されていた。透明基板側から見て透明電極と背面電極とが交差する領域がパネルの1絵素に相当し、両電極間に交流電圧を印加することにより、 Mn 発光中心より

橙色の発光を呈する。

このようなEL素子は、透明基板上に形成した透明電極から背面電極に至る薄膜積層物（以下EL薄膜層という）が外気、特に湿気の影響を受けやすく、空気中の湿気がEL薄膜層にわずかに吸着しても、それが誘電体層等のピンホールなどに侵入してその部分の抵抗を下げる。その結果過大な電流が流れて局部的に発熱することになり、薄膜が基板から剥離したり、絶縁破壊を起こして素子寿命を低下させることになる。また、侵入した湿気がEL発光層まで到達すると、発光層は水に対してきわめて弱いために劣化して、素子寿命が低下することになる。

そこで、このような湿気から薄膜EL素子を保護するために、従来より、①；無機あるいは有機性の被覆でEL薄膜層全体を密着して覆う、②；ガラスキャップなどでカバーする、③；②のガラスキャップ中を脱ガス真空化する、④；②のガラスキャップ中にシリコンオイル等の絶縁性液体を満たす、⑤；④に加え、さらにキャップ内壁に水

れらを加熱した状態でキャップの接着剤注入口に熱硬化形樹脂接着剤を注入し硬化させて封止する工程とを設けたものである。

〔作用〕

キャップを透明基板上に配置し加熱することにより、内部に残留する湿気が接着剤注入口から追い出されるとともに、外部雰囲気からの湿気の侵入が阻止される。封じ後、内部に少量の湿気が残留したとしても、その湿気はキャップ内面に固定された吸湿性材料により吸収される。

〔実施例〕

第2図は、透明基板上に形成したEL薄膜層を示し、同図(a)は平面図、同図(b)はそのb-b断面図である。次に、その形成方法を説明する。

まず、アルミノシリケートガラス（HOYA（株）製NA40；寸法100×100×3mm）からなる透明基板1上に、スズ酸化物を混入した酸化インジウムを素材にして、真空蒸着法により多数の帯状の透明電極2を成膜する。このとき、透明電極2の引出し部は、交互に基板の周縁に向けて延在させる。

分吸収剤としてシリカゲルを塗布したシートを貼設するなどの対策が施されてきた。

〔発明が解決しようとする問題点〕

上述した各種の防湿対策は、いずれも効果上ならびに製造上の欠点を有する。まず、①はEL素子の放熱を行なうのに不都合で、場合によつては応力の増加による膜剥離が生ずる。次に、②は効果が不十分である。さらに、③、④、⑤はいずれも製造上の困難性を有し、また特に③は外部大気圧とキャップ内部との圧力差のために、素子強度の点でも問題がある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明による薄膜EL素子は、内面に吸湿性材料を固定したキャップを用い、かつこのキャップに設けた接着剤注入口を、熱硬化形樹脂接着剤により封じしたものである。

また本発明による製造方法は、キャップ内面に吸湿性材料を分散させた接着剤を塗布し硬化させて吸湿性材料を固定する工程と、EL薄膜層を形成した透明基板にキャップを固着する工程と、こ

次に、同様の製法により、酸化イットリウム（ Y_2O_3 ）を素材にして第1の誘電体層3（膜厚3000Å）、活性物質として0.5wt%のマンガ（Mn）をドーブした $ZnS:Mn$ 焼結ペレットを素材にしてEL発光層4（膜厚6000Å）および第1の誘電体層3と同様な物質を素材にして第2の誘電体層5（膜厚3000Å）を順次成膜する。次いで第2の誘電体層5の上に、同様の製法により、アルミニウム（Al）を素材にして、透明電極2と互いに交差する方向に、多数の帯状の背面電極6（膜厚3000Å）を成膜する。この背面電極6の引出し部も、基板の周縁に向けて交互に延在させる。引出し部を除いた両電極ならびにその間に介在させたEL発光層および第1、第2の誘電体層により、EL薄膜層7が構成される。

第3図は、この透明基板1に固着して用いるキャップを示し、同図(a)は平面図、同図(b)はそのb-b断面図、同図(c)は斜視図（ただし裏返し）である。キャップ8は、透明基板1と同様の素材であるアルミノシリケートガラスからなる。各部の

寸法は第2図中に示した通り(単位はmm)で、概ね正方形の底壁および4つの側壁を有する箱形であるが、開放端部に、矩形状の切欠9を設けてある。この切欠9は、後述するように、キャップ8が透明基板5上に固着されたときに接着剤注入口を構成する。

次に、第1図を用いて、このようなキャップ8を透明基板1に固着して封じする工程を説明する。

はじめに、キャップ8を、100~200℃(本実施例では150℃)で1時間以上(同2時間)予備加熱し、表面に吸着された湿気を十分に除去する。次に、五酸化二リン(P_2O_5)の微粒子を熱硬化形のエポキシ系接着剤に分散させたペーストを準備し、キャップ8のEL薄膜層7に面することになる底壁内面に、同ペーストをスクリーン印刷法により約200~300μmの厚さに塗布した後、ホットプレート等の加熱器に乗せ、100~200℃(本実施例では150℃)に加熱する。これにより、固化した接着層10に五酸化二リンの微粒子11が固定された吸湿効果層12が得られる(第1図

(a))。

一方、EL薄膜層7を形成した透明基板1を、100~200℃(本実施例では120℃)で1時間以上(同3時間)予備加熱して表面に吸着されたり内部に吸蔵されたりした湿気を十分に除去する。引続きさらに加熱しながら、この透明基板1上に、前述したキャップ8を、EL薄膜層7を覆うような所定位置に配置する。このとき、キャップ8の切欠9を除く開放端面に、予め熱硬化形のエポキシ系接着剤を塗布しておくことにより、その接着剤が硬化して形成された固化接着部13によつて、キャップ8は透明基板1上に固着される(第1図(b))。

次に、これら透明基板1およびキャップ8の加熱をしばらく継続した後、その状態で、キャップ8の切欠9に新たなエポキシ系接着剤を注射器等で注入し、所定時間(本実施例では1時間)加熱し続ける。これにより、切欠9は、固化接着部14により封じされる(第1図(c))。

封じに際し、キャップ8およびEL薄膜層7が

形成された透明基板1をそれぞれ予備加熱することによりそれらの表面に吸着された湿気あるいはEL薄膜層7中に吸蔵された水分を除去することができ、さらに両者を重ねた状態で加熱することにより、内部に残留する湿気をキャップ8の切欠9から外部に追い出すことができるとともに、外部雰囲気からの湿気の侵入を阻止することができる。また、封じ完了後に内部に少量の湿気が残留したとしても、その湿気は五酸化二リンの微粒子11により吸収されるため、EL薄膜層7が劣化するなど発光表示に悪影響が及ぶことを防止できる。この五酸化二リンによる吸湿効果は、封じの際に加熱されることから、さらに高められる。また、この五酸化二リンの微粒子11を固定している接着剤は熱硬化形であることから、封じ工程における加熱によつて劣化することはない。

本実施例において、透明基板1およびキャップ8の材質をともにアルミノシリケートガラスとしたが、これに限定されるものではない。例えばセラミックスやプラスチックでもよいが、好ましく

は熱膨張係数の等しいガラスを用いることがよい。このようなガラスとしては、例えばソーダライムガラス等の多成分系ガラスでもよいし、石英ガラスでもよい。

また、熱硬化形樹脂接着剤は、エポキシ樹脂接着剤に限らず、シリコン樹脂など、他の耐熱性・耐湿性の樹脂でもよい。

さらに、吸湿性材料としては、五酸化二リンの他に、シリカゲル、塩素酸マグネシウム($Mg(ClO_4)_2$)、酸化アルミニウム(Al_2O_3)、酸化カルシウム(CaO)などを用いてもよい。

なお、矩形状の切欠9の代りに、V字状、U字状等の切欠または円管状、角管状等の貫通孔でもよく、その数は1対に限らず、少なくとも1個あればよい。また、貫通孔状の接着剤注入口であれば、キャップ8の側壁に限らず、底部に設けてもよい。

さらに、上述した実施例では、底部および側壁部を一体に形成したキャップを用いたが、これらを別体に形成して組合せてもよい。第4図に、そ

の例を示す。第4図(a)は平面図、同図(b)はそのb-b断面図、同図(c)は斜視図である。

本実施例のキャップ15は、透明基板1と同一のアルミノシリケートガラスからなる板状カバー15Aの一主表面上、コの字形の枠状のスペーサ15Bを2個向かい合せて配置した構成を有している。スペーサ15Bは、板状カバー15Aに熱硬化形エポキシ系接着剤を塗布し、オープン等で100℃で加熱硬化させることにより固着形成した。その際、2個のスペーサ15Bのコの字の開口側を相互に所定距離 $L=0.3\sim 1.0\text{mm}$ (本実施例では 3mm)だけ離間させ、スリット16を構成する。なお、2個のスペーサの枠内は、EL薄膜層7の側面を包囲する大きさを有する。また、その幅寸法 W は $0.5\sim 5\text{mm}$ (本実施例では 2mm)が適当である。高さ寸法 H は、EL薄膜層7のうちの透明電極2を除いた全膜厚と、後述する固化接着層の厚さ(通常 $20\sim 3000\mu\text{m}$;本実施例では $200\sim 300\mu\text{m}$)とを合せた厚さより大きければよく、本実施例では $1000\mu\text{m}$ とした。

次いで、スペーサ15Bの外側面17と板状カバー15Aおよび透明基板1の対向面18,19とで構成される凹所20に、新たなエポキシ系接着剤を注射器等で注入し、所定時間(本実施例では1時間)加熱を続ける。これにより、エポキシ系接着剤が硬化し、固化接着部21を形成する(第7図)。固化接着部21は、透明基板1、板状カバー15Aおよびスペーサ15Bの外側面に固着し、これらを強固に接合している。図では、誇張して描いてあるが、固化接着部21の高さ寸法(スペーサ15Bの高さ寸法と同じ) H は、前述した通り $1000\mu\text{m}$ (1mm)にすぎないから、透明基板1と板状カバー15Aとの間における表面張力を得て、接着剤は容易に注入される。なお、このときスリット16には接着剤は注入されず、内部空間と外部雰囲気とはスリット16により通じている。

この状態で、透明基板1およびキャップ15の加熱をしばらく継続した後、スリット16に新たなエポキシ系接着剤を注射器等で注入し、所定時間(本実施例では20分間)加熱し続ける。これ

次に、第5図ないし第8図を用いて、このようなキャップ15を透明基板1に固着して封じする工程を説明する。なお、各図において(a)は第4図(b)に対応する断面図、(b)は側面図である。

はじめに、キャップ15を $100\sim 200^\circ\text{C}$ (本実施例では 120°C)で1時間以上(本実施例では2時間)予備加熱し、表面に吸着されたり内部に吸蔵された湿気を十分に除去する。次に、五酸化二リン(P_2O_5)の微粒子を熱硬化形のエポキシ系接着剤に分散させたペーストを、第1図の実施例と同様の方法により、板状カバー15AのEL薄膜層7に面する内面に $20\sim 3000\mu\text{m}$ (本実施例では $200\sim 300\mu\text{m}$)の厚さに塗布し、硬化させて、五酸化二リンの微粒子11と固化した接着層10とからなる吸湿効果層12を得る(第5図)。

一方、EL薄膜層7を形成した透明基板1も、第1図の実施例と同様に加熱し、湿気を十分に除去した後、引続き $100\sim 200^\circ\text{C}$ (本実施例では 150°C)で加熱しながら、キャップ15を、EL薄膜層7を覆う所定位置に配置する(第6図)。

により、スリット16は固化接着部22により封止される(第8図)。

本実施例において、透明基板1、板状カバー15A、熱硬化形樹脂接着剤および吸湿性材料などが上述した物質に限定されないことは、第1図の実施例の場合と同様である。

また、各実施例において、吸湿性材料はキャップの底部内面(第5図の実施例では板状カバー15Aの内面)にのみ固定したが、キャップの側壁内面(第5図の実施例ではスペーサ15Bの内面)に固定してもよく、キャップ内面全体に固定すればその吸湿効果をより高めることができることはいうまでもない。

なお、EL発光層4を第1および第2の誘電体層3,5で挟んだ構成を示したが、これら第1および第2の誘電体層は、いずれか一方のみでもよいことはいうまでもない。

〔発明の効果〕

本発明によれば、内面に吸湿性材料を固定したキャップを、EL薄膜層を形成した透明基板に固

特開昭63-131494(5)

着し、接着剤注入口を熱硬化樹脂接着剤で封じた構成をとることにより、またその封じを加熱した状態で行なうことにより、防湿効果の高い薄膜EL素子が容易に得られる。

4. 図面の簡単な説明

第1図ないし第3図は本発明の一実施例を示す図で、第1図は封じ方法を示す工程断面図、第2図(a)はEL薄膜層を形成した透明基板を示す平面図、同図(b)はその断面図、第3図(a)はキャップを示す平面図、同図(b)はそのb-b断面図、同図(c)は斜視図、第4図(a)はキャップの他の構成例を示す平面図、同図(b)はそのb-b断面図、同図(c)は斜視図、第5図～第8図はこのキャップを用いての封じ方法を示す工程図で、各図(a)は断面図、各図(b)は(a)と90°方向の異なる側面図である。

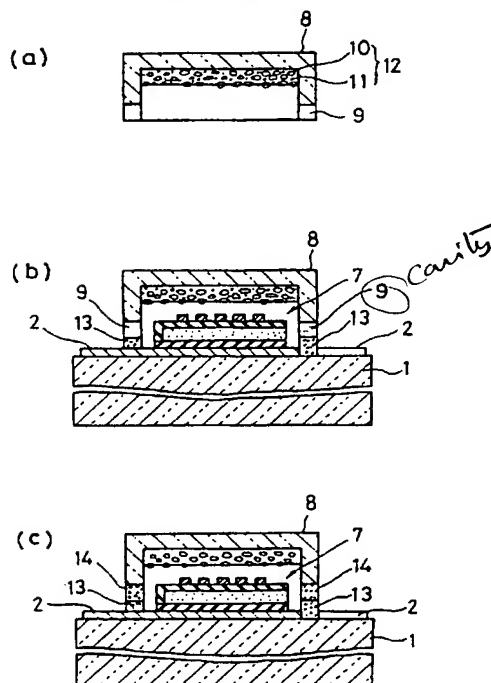
1・・・透明基板、2・・・透明電極、3、5・・・誘電体層、4・・・EL発光層、6・・・背面電極、7・・・EL薄膜層、8、15・・・キャップ、9・・・切欠(接着剤注入口)、10・・・固化接着層、11・・・

・吸湿性物質の微粒子、13、14、21、22
・・・固化接着部、16・・・スリット(接着剤注入口)。

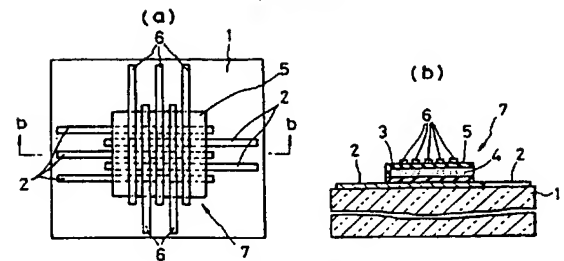
特許出願人 ホーヤ株式会社

代理人 山川政樹(ほか2名)

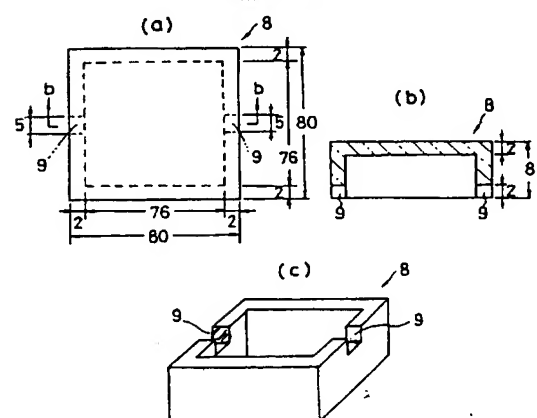
第1図



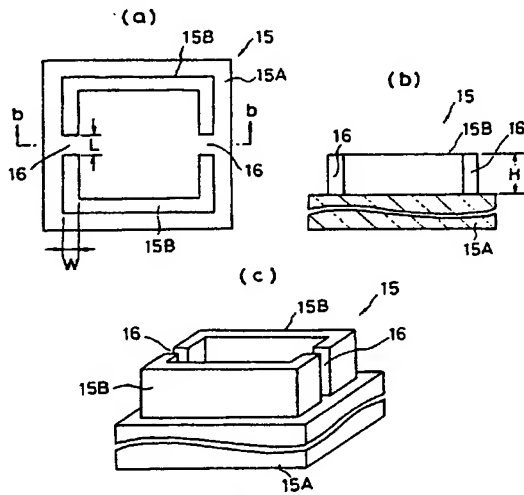
第2図



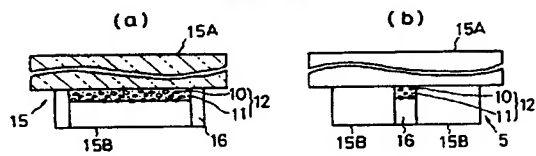
第3図



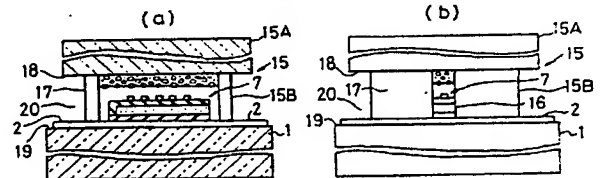
第4図



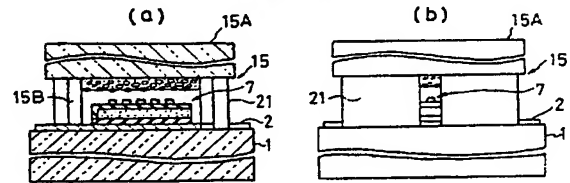
第5図



第6図



第7図



第8図

